PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number:

03-294360

(43)Date of publication of application: 25.12.1991

(51)Int.Ci.

CO9C 1/64

CO9D 5/38

(21)Application number : 02-094161

(71)Applicant: ASAHI KASEI METALS KK

(22)Date of filing:

11.04.1990

(72)Inventor: IMAZATO YASUNOBU

SUZUKI MIKIO

(54) ALUMINUM PIGMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an aluminum pigment capable of developing extremely high reflectance while exhibiting highly hiding power, having a ratio of specific surface area to coated surface of water surface and degree of flatness in specific ranges, respectively.

CONSTITUTION: The objective aluminum pigment having a ratio of specific surface area (m2/g) to coated surface (m2/g) of water surface of ≤5.0 and ≥90 and degree of flatness. The specific surface area (m2/g) is area (m2/g) based on 1g aluminum pigment measured by adsorption amount of nitrogen gas by BET method, the coated surface of water surface is area based on 1g aluminum pigment measured by a method prescribed by DIN 55,923 and the degree of flatness is shown by average particle diameter d50 (μ m)/average thickness t (μ m) of the aluminum pigment.

® 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 平3-294360

Mint. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

個公開 平成3年(1991)12月25日

C 09 C 1/64 C 09 D 5/38 PBL PRF

6904-4 J 7211-4 J

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

❷発明の名称

アルミニウム顔料

②特 顕 平2-94161

②出 願 平2(1990)4月11日

@発明者 今里

安 信

茨城県西茨城郡友部町大古山499 旭化成メタルズ株式会

社内

@発明者 鈴木

幹夫

茨城県西茨城郡友部町大古山499 旭化成メタルズ株式会

社内

⑪出 顋 人 旭化成メタルズ株式会

東京都千代田区有楽町1丁目1番2号

社

四代 理 人 弁理士 小松 秀岳

外2名.

明細書

1. 発明の名称

アルミニウム顔料

2. 特許請求の範囲

水面被覆面積(a²/g) に対する比表面積(a²/g) の比が 5.0以下で、かつ偏平度が90以上であるアルミニウム額料。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は自動車ボディや部品の高級メタリック塗料、自動車補格用メタリック塗料、家電用メタリック塗料、工業用高級メタリック塗料、工業用高級メタリック塗料の野、グラピア印刷メタリックを制、スクリーンの影響ののクタリーンを開発がある。関係は上記用途においはフィルの方法に対した、企業にないたの反射率と極めてよりのではなった。

ウム顔料に関するものである。

[従来の技術]

一般にアルミニウム 顔料は他の顔料にない独特なメタリック感と、下地に対する優れた隠蔽力を特徴とし、前記した用途に多用されてきた。特に近年、自動車ボディ 塗装におけるファッション性は自動車の本来的な機能と同等以上の価値観で評価されるようになってきた。

特にここ数年におけるボディ塗装のファッション性を見ると、従来から根強かった白色やギラギラとしたシルバーメタリック調が減少し、真珠の光沢を連想させるソフトなメタリック調が極めて増加してきた。

このソフトなメタリック調を与える塗料には 様々な態様があるが、基本的には光の干渉作用 を応用した特殊な顔料(以下、パール顔料と呼 ぶ)を含有している。ところが一般にパール顔 料は透明であって光を透過するため、下地を隠 献する機能を備えていない。それ故パール顔料 を含有する塗料を塗装する前に下地を隠蔽する

特開平3-294360(2)

ための下塗り工程を必要とした。最近、この下 塗工程を省略する目的で、パール顔料にアルミ ニウム顔料を混合して塗装する方法が検討され ているが、この方法にはパール顔料の特徴であ るソフトなメタリック調を殺してしまうという 重大な問題がある。

ir i

この原因はパール類料に混ぜである。パール類料にある。パール類料にあるすると対象の内容を阻害せずにの技術的するためには、2つを設定している。一つはパールがある。一つはパールがある。一つは少量をあることを対している。そのためには少量をある。これが必要であり、さい検えれが必要であり、さいは対象が必要であり、さいな数料が必要であり、さいな数料が必要であり、さいな数料が必要であり、さいな数料が必要である。二の反射率が高いにとである。

本来、パール顔料の特徴であるソフトなメタ リック調はパール顔料の持つ光の干渉作用によ

あるソフトなメタリック調をやむなく犠牲にせざるを得ないのが実情であり、パール顔料に適したアルミニウム顔料の開発が強く望まれている。

なお、上記問題点を解決しようとする試みも 2~3されており、以下に例をあげる。

例えば湿式ボールミル法にでアルミニウム粉の表面を磨き、比較的小さな粒子径においても高い反射率を備えたアルミニウム類料を得る方法 (特開昭 49-14858)や、米国特許第3、995、815に記述された装置で同様に高い反射率を備えたアルミニウム類料を得る方法 (特公表55-500504) 等が提案されている。

しかししながら、いずれの方法においてもパール類料に通した隠蔽力と反射率を兼備しているものではない。

[発明が解決しようとする課題]

本発明は隠蔽力が大で、かつ、反射率の大き いアルミニウム顔料を提供しようとするもので ある。 るものとされているが、パール類料自体は前記のように大部分の光を透過してしまうためかの反射機能が極めて小さいか、いう機能を受けれたの反射という機能を受けれたのが、パール類料に混合された質料にののが、パール類料に混合された質料のの反射率が低いと、パール類料の特徴である。この反射率が低いと、パール類料の特徴であるののフトなメタリック繋が得られず、商品価値ののフトなメタリック繋が得られない。

以上のようにパール顔料の特徴であるソフトなメタリック調を阻害せず、かつ目的とする隠蔽性を付与するためには、高い隠蔽力と高い光の反射率を兼備したアルミニウム顔料が必要である。

しかしながら、一般にアルミニウム顔料は、 その隠蔽力を向上させるほど、反射串は低下し、 両者を併せて向上させることは困難とされてき た。

記述のとおり、従来技術になるアルミニウム 顔料を使用する限り、パール顔料本来の特徴で

[課題を解決するための手段]

本発明者らは、アルミニウム類料の基本的物性と光学的特性の関係につき鋭意基礎検討を重ねた結果、アルミニウム類料の水面被覆面積に対する比表面積の比及び偏平度を特定の範囲に制御することにより、高い隠蔽力を備えながら極めて高い反射率を発現しうる現象を発見し、本発明を完成するに至った。

本発明は水面被覆面積に対する比表面積の比が 5.0以下であり、かつ、偏平度が9.0以上のアルミニウム額料であって、従来にない高い反射 率と極めて高い隠蔽力を兼確したアルミニウム 額料を提供するものである。

更に詳しくはパール顔料と併用してもパール 顔料の特徴であるソフトなメタリック調を阻害 しないアルミニウム顔料を提供することにある。

ソフトなメタリック調を呈するパール顔料とは、薄片状雲母粉末をTiO2等の金属酸化物で被覆したもので、塗藤中に配向した時、光の多重反射により真珠光沢を呈するもの、更に金

持期平3-294360(3)

関数化物層の厚さにより、光の干渉によって発 色するもの、更に着色剤を含有したものがある。 例えばThe Mearl corporation製のEXTERIOR MEARLING があり種々のタイプが上市されて いる。例えばBright White、Bright Gold、 Brass、Europeal、Bright Bronze、Bright Orange、Fine Peal、Fine Gold、Fine Brass 等があるが、本発明においては特に限定されない。

但し本発明のアルミニウム顔料は、その実施態様においてパール顔料との併用のみに限用と併用のみにはない。例えば他の顔料と併用と併用してもよく、又、透明有機額料と分明してもよい。これらの実施整様においてもよい。これらの実施整様においてもよい。これらの実施整様においてもよい。これらの実施整様においてもよい。これらのである。

本発明でいう水面被覆面積に対する比表面積の比は次の方法で求められる。

すなわち、比表面積(m²/g) はBET法によ

又、本発明になる新規なアルミニウム顔料は、その水面被覆面積が 2.5~5.0 (m²/g) であることが好ましい。水面被覆面積が 2.5を下回ると目的とする隠蔽力が不足して好ましくなく、 5.0を超えると反射率の急激な低下が起こり好ましくない。

水面被覆面積が 3.0(m²/g) 付近で最大のL値が得られるため、 3.0(m²/g) 以上が、隠蔽

る窒素ガスの吸者量から測定されたアルミニウム 顔料1g当たりの面積(S I)であり、水面被 覆面積(m²/g)は DIN 55928 に規定された方法で測定されたアルミニウム顔料1g当たりの面積(S 2)であって、これらの値の比(S I /S 2)として求められる。

なお、比表面種の測定に当たっては流動式比表面積測定装置(フローソープ 2300形: 島津製作所製)を使用した。

又、本発明でいう値平度はアルミニウム 颜料 の平均粒子径を d so (μ) とし、アルミニウム 颜料 の平均厚みを t (μ) と定義すると、 d so / t で与えられる。ここで平均粒子径 (d so) はレーザー法 (S K レーザー PRO 7000; セイシン企業 解製) により求められ、平均厚み (t) は下式により求められる。

t (μ) = $\frac{10^4}{2.5(g/cm^3) \times \pi m \pm \sqrt{m} m (cm^2/g)}$

本発明になる新規なアルミニウム額料はその 水面被覆面積に対する比表面積の比が 5.0以下

力とL镇両面で好ましい(第1図参照)。

本発明のアルミニウム顔料の高い反射率は次 のようにして求めることができる。

すなわち、アルミニウム顔料のみを含んだ過 常のシルバーメタリック塗膜を形成し、その反 射率をカラーコンピューターによるし値として 測定できる。本発明においてはアルミニウム額 料の濃度を10PHR とし、アプリケーター塗装で 乾燥腰厚が35~40 μになるように調製した塗膜 を形成したが、この方法に限定されるものでは

すなわち、アルミニウム顔料を市販のアクリルクリヤー(アクリック 2026 GLクリヤー:関西ペイント 雑製)にアルミニウム 顔料後度を 10 PHR としたシルバーメタリック 顔料を配合し、アプリケーター 塗装により 空膜をアート 紙上に形成した後、金温にて 2 4 時間乾燥後のし値を、SMカラーコンピューター NODEL SM-4 (スガは験機器製)により求めた。

本発明のアルミニウム類料のみを含んだシル

バーメタリック塗膜は、従来のアルミニウム額 料と比較して格段の反射率 [L値] 向上が認め られる。75~87%、好ましくは77~87%となる。

本発明でいう隠蔽力はアルミニウム顕料のみ を含んだシルバーメタリック塗料の隠蔽力をい い、次のようにして求めることができる。

アルミ粒子からの反射率が高すぎるため、ソフトなメタリック調を損ねるため好ましくなく、 好ましくは 1μから20μである。

本発明のアルミニウム額料は顔料の凝集を防 止する役割を果たす目的でオレイン酸、ベヘニ ン酸、アラキン酸、ステアリン酸、パルミチン 酸、ミリスチン酸、ラウリン酸、カプロン酸、 カプリル酸、カプリン酸等の脂肪酸やこれらの 金属塩、ラウリルアミン、ステアリルアミン等 の脂肪族アミン、ステアリルアルコール、オレ イルアルコール等の脂肪族アルコール、ステア リン酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪族酸 アミド等の脂肪酸誘導体の少なくとも1種又は 2種以上を含有させることが好ましい。この脂 防散誘導体の両はアルミニウム類料に対し、 0.2~10%好ましくは 0.5~5 %程度である。 この量はjjS K 5910、 5.7の脂肪性溶剤溶物と して制定することができる。 0.2%未満ではア ルミニウム顔料が経時的に凝集を起こし好まし くなく、10%を超えると塗膜を形成した時、塗 力が優れたものといえる。本発明のアルミニウム顔料は20g未満の小さな値を示す。

本発明のアルミニウム顔料は高い反射率と極めて高い隠蔽力を兼饋していることから、前記したシルバーメタリック塗膜のL値を隠蔽膜厚で割った値が、従来のアルミニウム顔料の値に 比べ、大きな数値を示す。このことから、本発明のアルミニウム顔料と従来のアルミニウム顔料と

本発明のアルミニウム顔料は篩残分により測定した44μ以上の粗粒子の量が 0.1%以下であり、レーザー法(SKレーザーPRO 7000)により測定した平均粒子径(dso)は 5~25μを箭残分によぶを有するものである。箭残分による44μ以上の素粒子の量が 0.1%を超くないとなり好ました時ブッとなり好ましたである。平均粒は、好ましくは0.05%以下である。平均粒はなく、好ましくは0.05%以下である。平均粒は大くくは5。)が 5μ未満のものは、 空腰を形成した時、の反射率が低下し、好ましくない。平均粒子(dso)が25μを超えると空腰を形成した時、

膜の強度が低下するため好ましくない。

次に本発明のアルミニウム額料の製造方法について述べる。

本発明のアルミニウム顔料を得るための好ましい製造条件は、特に媒体拡散ミルでアルミニウムの重量に対する磨砕溶剤の重量の比が 2.6~10.0で、かつ磨砕ボール1ケの最大磨砕エネルギーが、10~5 Joul以下の適性な磨砕を行うことで、媒体撹拌ミルの場合ボール1ケの最大磨砕エネルギーは撹拌アーム先端のボールの運動エネルギーとして計算される。

本発明の最大磨砕エネルギーの範囲は 10^{-9} ~ 10^{-6} Joulが好ましい。 10^{-9} Joul未満では磨砕に 費やす時間が長くなり好ましくなく、 10^{-6} Joulを超えると、反射率の低下が激しくなり好ましくない。より好ましい範囲は 1×10^{-8} Joul~ 1×10^{-7} Joulである。

媒体撹拌ミルはこの磨砕エネルギーを10⁻⁶ Joul以下に自由に調節できるため好ましいと考

特開平3-294360(5)

えられる。本発明のアルミニウム競科は最大符 砕エネルギー以下の下で何時間かの磨砕をそ行る 砂ボールの重量の比、及びアルミニウムの重量 に対する磨砕溶剤の重量の比が上記の範囲で いかした場合、時間を費やすことによりアルミニ ウム類料の隠蔽力は増大するが、反射率が大 に低下するため好ましくない。これはミル内が 不均一な状態になるものと推定される。

次に本発明の製造方法について更に詳細に説明する。

すなわち、本発明に使用されるアルミニウムはアトマイズ法により得られるアトマイズ粉、フルミ 指等から得られる箱粉、箱クズ等があり、0.1mm 以下の細かいものがよく、好ましくは100 μ以下の粒子径、更に好ましくは20 μ以下の粒子径のものである。又、アルミニウム以外の不純物が少ないものが好ましく、アルミニウムの純度として99.0%以上が好ましい。更に好ましくは99.5以上である。

アルコール系、エーテル系、ケトン系、エステル系等の溶剤も使用できる。

磨砕ボールは磨砕力を適切にする上で鋼球、ステンレス球、ガラス球、アルミナ球等の従来より使用されているものでよいが、磨砕ボールの比重により適当な径を選択でき、又、径の異なる2種以上の磨砕ボールを混合して使用できる。なお、磨砕ボールの材質は特に限定する必要はないが、経済性及び品質の面から鋼が一般に使用されている。

野砕エネルギーの適性な範囲から網球を使用した場合は直径 5.0mm以下が好ましく、更には 3.2mmより小さいものがより好ましい。 野砕の 温度は特に限定されないが15~80℃が好ましい 15℃未満に冷却するためには冷蝶を多量に使用しなければならず好ましくない。 60℃を超えると溶剤への引火等の危険性が増し好ましくない。

本発明において使用される媒体撹拌ミルとは 例えば図面の第2図に示すような構造を持つ。 固定された容器 1の外周に磨砕時の温度調節の

磨砕助剤としては、特に限定されるものでは なく、従来より使用されているラウリン酸、ミ リスチン酸、バルミチン酸、ステアリン酸、ア ラキン酸、ベヘニン酸等の高級脂肪酸、オレイ ン酸等の高級不飽和脂肪酸、ステアリルアミン 等の高級脂肪族アミン、ステアリルアルコール、 オレイルアルコール等の高級脂肪族アルコール、 ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド等の高 級脂肪酸アミド、ステアリン酸アルミ、オレイ ン酸アルミ等の高級脂肪酸金属塩等が挙げられ、 アルミニウムに対し、 0.2~10%使用すること が好ましい。 0.2%未満では磨砕によるアルミ ニウム経料の比表面積が増大した時、磨砕助剤 が不足となり凝集するため好ましくない。18% を超えると、磨砕助剤が塗膜の強度等を低下さ せるため好ましくなく、より好ましくは 0.5~ 5 %である。

磨砕溶剤としては、特に限定されるものではなく、従来より使用されているミネラルスピリット、ソルベントナフサ等の炭化水素系溶剤や

ために水や温水を通すジャケット 2を有し、容器中心部に数本の丸棒型撹拌アーム 8をシャフトに垂直に取り付け、かつ回転数を1分間に 0~500回転に自由に変化できるアジテーター 4を設置したものである。丸棒型撹拌アームの太さ、長さ、本数は容器 4の大きさにより異なる。容器 1の上部には必要に応じ、ふた 5を設置する。

り出される目的に応じた湿式スクリーンにて粗 粒子が取り除かれる。更に余分な溶剤分をフィ ルタープレス等の濾過機にて取り除きペースト 状に震製される。

[実施例]

以下に実施例によって本発明を具体的に説明 する。

実施例1

容量 5.5Lの媒体撹拌ミル(アトライタ NAISE 型:三井三池化工機制製)内に

3/32インチスチールポール 18.5kg

アトマイズアルミニウム粉

(平均粒子径: 8 μ) 0.25kg

・ミネラルスピリット 1.3kg

オレイン砂 ・ 5g

を装入した後、回転数200rpsで3時間撹拌した。 撹拌終了後、ミル内のスラリーをミネラルスピリット10Lで洗い出し、この洗い出したスラリーから振動餅で担大粒子を取り除き、更に細留分を濾過器にて固液分解してアルミニウム顔料

比表面積 : 9.1 m ² /g

水面被覆面積 : 1.4 m 2 /g

平均粒子径 d so: 17.0 A

粒子の厚さt : 0.286 μ

比表面積/水面被覆面積 = 6.50

塗膜のL値(A): 73%

塗膜の隠蔽額厚(B):28μ

(A)/(B) = 2.61

以上の結果より、本発明のアルミニウム顔料は、従来のアルミニウム顔料に比べ大幅な反射 率 【L値】向上と約2倍の隠蔽力向上が認められた。

实施例2、比较例1

実施例1と同じ媒体撹拌ミルを使用し表1の条件で試料 2~8 のアルミニウム顔料を調製した。なお、磨砕ポールの重量は一定 (18.5kg)とした。

表2に試料 2~8、及び従来のアルミニウム 類料ペースト: MC-808 (組化成メタルズ株式会 社製) の特性を示した。 ケーキを得た。このアルミニウム顔料ケーキにミネラルスピリッとオレイン酸(対不揮発分 1%)を加え不揮発分が 65%のアルミニウム顔料ベーストを調製した。得られたアルミニウム顔料の特性は以下の通りであった。

比表面積 : 8,3 m² /8

水面被覆面積 : 3.0 m ² /g

平均粒子径d su: 16.8 #

粒子の厚さt : 0.133 μ

比表面積/水面被覆面積 = 2.77

個平度-123

強膜のL値(A):80%

塗膜の隠蔽膜厚(B):14μ

(A)/(B) = 5.71

この結果、本発明の特性値を満足したアルミ ニウム顔料であった。

なお、比較のためほぼ同一平均粒子径の従来 アルミニウム顔料ペースト: N-601(旭化成メタルズ株式会社製) の特性値を測定したところ以下の通りであった。

その結果、本発明の試料 2~7 は比較例の試料 8、及びMC-808と比較して、塗膜のL値、及び配敵力に大幅な向上が認められた。

実施例3

実施例 2 で得られた 試料 2 とバール顔料 (エクステリア マーリン ファイン パール:The Heal Corporation製)を市販のアクリルクリヤーに顔料がそれぞれ 5 PHRになるように配合した 塗料を調合した。この塗料を Bミルのアプリケーターで隠蔽率試験紙(JIS K 5400:日本塗料検査協会認定)に第句厚が 20 μになるよう塗膜を形成し、窒湿にて 2 4 時間撹拌した。

同様に従来のアルミニウム顔料MC-808(旭化成メタルズ株式会社製)とパール顔料を使用した塗膜を形成し、目視観察により塗膜を比較した。

その結果、本発明の試料 2を使用した塗膜はパール額料の特徴であるソフトなメタリック感を有し、塗料の隠蔽膜厚が 9gで下地を隠蔽した優れた塗膜であった。しかし、MC-808を使用

した塗膜は黒く調った塗膜であり、下地を隠蔽 していなかった。

表 1 運転条件

湖io.		第4-5/ 7かなこりよ 比(一)	新聞/T か1=94比 (一)	1	野Tかに ウムロ経 (μ)	密砕ポー ル径 (may)	回転数 (rps)	批拌 時間 (hr)
本是男	2	88	5,2	まとイン表 2.0	6	1/8/77	375	8.0
本発展	3	44	3.5	同上	间上	周上	200	4.D
本発射	4	44	3.5	27794717 2.0	同上	简上	375	3.6
本素別	5	12.5	8.0	同上	10	5/324 7 #	200	3.5
本発養	6	98	1,5	27714717 4.D	8	1/8479	同上	8.0
本発視	7	12.5	5.2	X5714717 2.0	周上	3/32{ y f	周上	3.0
20月1	8	18.6	1.5	岗上	雨上	1/8/74	周上	3.0

表2 アルミニウム顔料の特性と白度

XNXc).	班爾 (a ² /g)	利益権 (g. ² /E)	平均型子を d so (μ)	# ∓ 0事計 t (μ)	LEGIL/A SATERIO L	魔平 皮	##01# A (%)	類の協議 取 B (μ)	A/B
本	2	11.4	4.1	18.5	0.058	2.78	138	79.5	10	7.95
	3	8.4	2.7	14.1	0.148	3.11	95	79.0	15	5.27
発	4	11.8	4.8	11.8	0.095	2.74	120	77.5	ı	9.89
	5	12.0	8.1	17.6	0.121	8.84	140	78.0	12	8.50
朔	6	8.5	2.9	18,3 .	0.138	2.98	118	80.5	14	5.75
	7	10.2	3.2	15.7	0.125	8.22	126	81.5	13	6.27
HEM1	8	14.4	2.1	12.5	0.174	8.28	72	74.6	20	3.78
政的C-	808	10.8	2.1	18.4	0.190	5.15	71	78.0	21	3.48

[発明の効果]

本発明によれば高い 題 蔽力と高い光の反射率 を兼備したアルミニウム 額料を提供することが できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明及び従来例それぞれの顔料の 水面被覆面積とし値との関係を示すグラフ、

第2図は本発明の類料を製造するのに的した 媒体撹拌ミルの説明図である。

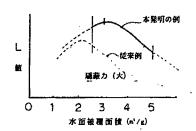
1…容器、 2…ジャケット、

8… 丸棒型撹拌アーム、 4… アジテーター、

5…ふた。

特許出順人 旭化成メタルズ株式会社 代理人 弁理士 小 松 秀 岳 代理人 弁理士 旭 宏 代理人 弁理士 加々美 紀雄

新 1 図



2 M

